

⑨ 日本国 許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A) 昭60-228406

⑫ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和60年(1985)11月13日

A 61 K 7/02
// C 09 C 3/06

7306-4C
7102-4J

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 化粧料

⑮ 特 願 昭59-85499

⑯ 出 願 昭59(1984)4月27日

⑰ 発 明 者 中 村 直 生 横浜市神奈川区高島台27番1 ポーラ化成工業株式会社横浜研究所内
⑱ 発 明 者 井 柳 宏 一 横浜市神奈川区高島台27番1 ポーラ化成工業株式会社横浜研究所内
⑲ 発 明 者 高 須 賀 豊 横浜市神奈川区高島台27番1 ポーラ化成工業株式会社横浜研究所内
⑳ 出 願 人 ポーラ化成工業株式会社 静岡県弥生町648番地

明 細 書

1. 発明の名称

化粧料

2. 特許請求の範囲

- 1) 顔料の表面を無機塩素化合物の一種又は二種以上により被覆せしめられた被覆顔料の一種又は二種以上を配合することを特徴とする化粧料。
- 2) 顔料が体質顔料である特許請求の範囲第1)項記載の化粧料。
- 3) 無機塩素化合物が二酸化塩素及び/又は塩素酸塩化合物である特許請求の範囲第1)項記載の化粧料。

3. 発明の詳細な説明

本発明は新規な化粧料に関するものであり、体質顔料の持つ透明感、流動性、皮膚上での滑らかな伸び、付着力の優れた特性を生かしつつ、且つ、過度の光沢を抑制した新規な効果を有する化粧料、特にマークアップ化粧料を提供するものである。

通常マークアップ化粧料に配合する体質顔料は薄板状の形状をしたものが多く、それ故、多少なりとも独特の光沢を有するものが多い。この光沢の強度は、各々の体質顔料の種類、原石の産地、製法、粒度分布等の条件により各々固有のものである。

一方、マークアップ化粧料はその化粧効果上の性質から種々の異った光沢特に光沢強度を要求されてくるものであり、この要求に応える為、従来はシリカ粉末や炭酸カルシウム等の如き殆んど光沢を有しない体質顔料と、雲母、セリサイト等の如き強い光沢を有する体質顔料とを適宜に組合せ、その配合量を調節することにより、系全体の光沢度を調整することが行われてきた。

しかし、上記、強い光沢を有する体質顔料を多く使用すると、皮膚に塗布した場合に、外観上でかたかりたり、不自然な光沢を与える傾向がみられたのである。そして、この問題を解決するには、光沢を有する体質顔料の配合量を少なく抑えなければならなかった、その結果として、体質顔料の

有する透明感、流動性、皮膚上での滑らかな伸び、付着力等の優れた特性を十分に発揮することができないのが現状であった。

そこで、本発明者等は、このような現状に鑑み、有用な粉体を開発すべく鋭意研究を行なった結果、顔料の表面を無機珪素化合物の一種又は二種以上により被覆することにより、体質顔料の有する不自然な上記光沢を減じることができ、これにより、従来における体質顔料の配合量の調節を要することなく、それぞれの化粧料に含まれる光沢を得ることを可能とした。又、かくして得られた被覆顔料は、被覆する前の顔料が有している透明感、流動性、皮膚上での滑らかな伸び、付着力等の優れた特性を有していることを見出し、本発明を完成するに至った。

本発明はかかる知見に基づく化粧料を提供するものである。

本発明は顔料の表面を無機珪素化合物の一種又は二種以上により被覆せしめた被覆顔料の一種又は二種以上を配合することを特徴とする化粧料に

である無機珪素化合物としては、珪酸、二酸化珪素、珪酸アルミニウム、珪酸マグネシウム、珪酸カルシウム、珪酸アルミニウムマグネシウム、珪酸アルミニウムカルシウム等が挙げられ、これらを一種又は二種以上、もしくは混合物として用いるものである。これらの無機珪素化合物を前記の顔料表面に被覆する方法としては種々あるが、例えば以下の3つの方法があげられる。

1. 無機珪素化合物微粉末0.2~2.5部と顔料10部とを湿式又は乾式にて混合粉砕処理し、メカノケミカル反応により顔料表面を無機珪素化合物で被覆する方法により被覆顔料を得る。この場合、被覆物質である無機珪素化合物は、平均粒子径が1 μ 以下の微粉末であることが好ましい。

平均粒子径が1 μ より大きい場合には均一な被覆面を得ることは困難であり、二次粒子などの増粒も起こり易い。

2. 顔料10部を珪酸ナトリウム、珪酸カリウム等0.2~2.5部を含む水溶液中に均一に分散させ、70℃~95℃好ましくは85℃~90℃に加熱

するものである。

本発明で用いられる顔料としては例えばタルク、カオリン、雲母、セリサイト、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆雲母、オキシ塩化ビスマス、シルク末等の通常化粧料に適用し得るものであればよく、これらを一種又は二種以上、もしくは混合物として用いるものである。尚上記顔料に対して10重量%以内の割合で金属酸化物、金属塩などを被覆した粉体も本発明で用いられる顔料に含まれる。このような顔料の例としては貴酸鉄被覆雲母、貴酸鉄被覆タルク、弁柄被覆雲母、弁柄被覆セリサイト、黒酸化鉄被覆雲母、黒酸化鉄被覆カオリン等が挙げられる。

又、本発明においては、これらの顔料は平均粒子径が1 μ ~50 μ の範囲のものが好ましく使用される。

平均粒子径が50 μ を超える場合は、化粧料使用時に感触面での異和感を生じ易く、又、1 μ 未満の場合は透明感や流動性が低下し、好ましくない。

次に、本発明の被覆顔料に適用される被覆物質

し、このアルカリ性の混合液を加熱、好ましくは希塩酸、希硫酸等を用いてpHを7~11好ましくは9~10に調整し攪拌を続ける。さらにpHが7付近となるまで中和し、その後、ろ過、洗浄、乾燥し、必要に応じて200℃~500℃にて焼結し、二酸化珪素被覆顔料を得る方法。

上記pH調整の際に硫酸を用いる代わりに、硫酸アルミニウム、塩化マグネシウム、硫酸亜鉛等の金属塩水溶液を用いることにより、顔料表面に珪酸塩化合物を被覆した被覆顔料を得る方法。

3. 有機珪素化合物、例えば珪酸エチル、ジクロルエチルシリケート等0.2~40部を、メタノール、エタノール等のアルコールに溶解せしめたアルコール溶液に顔料10部を均一に分散させ、20℃~60℃の温度範囲において、アルカリ性含水アルコールを添加し、攪拌を続ける。その後、ろ過、洗浄、乾燥し、必要に応じて200℃~500℃にて焼結し、二酸化珪素を被覆した被覆顔料を得る方法。

以上の方法等により本発明で用いられる被覆顔

料を製造することが可能であり、られる被覆顔料において、顔料と被覆物質である無機珪素化合物との組成比は目的とする光沢に応じて任意に選択されるが、凡そ重量比99:1~50:50好ましくは98:2~70:30の範囲である。被覆物質が顔料に対して上記比率より少ない場合は求める光沢調整効果が不十分であり、又、被覆物質が上記比率より多い場合は均一な被覆をすることが困難であり、二次粒子の形成やケーキング等の問題が起こり易く、本発明に適さない。

本発明で用いられる被覆顔料は顔料を用いる化粧料に広く利用可能であり、本発明によって得られる化粧料としてはファンデーション、粉おしろい、固形おしろい、ほろ紅、アイシャドー等のメイクアップ化粧料があり、均一性のある優れた調整された光沢を有する、安全性の高い使用感に優れた、物理的特性の優れた化粧料を提供する。配合の方法は従来の顔料と同様の方法で化粧料に配合でき、配合量は化粧料の性質に応じて任意に選択されるが、化粧料成分全重量中5%~90%で

ある。これは顔料が本来有している透明感、流動性、皮膚上でのらかな伸び、付着力等の優れた特性を生かし、かつ、適用する化粧料の光沢を調整する為には最低5%以上の配合が必要となるからである。又、上限については特に制限的ではないが、着色料、油分、香料等の添加を考慮すると90%ぐらいが好ましい。

次に本発明に用いられる被覆顔料の製造例を示す。

製造例-1

平均粒子径20μのタルク10部を1部のオルト珪酸ナトリウムを含む100部の水溶液中に攪拌、混合して均一に分散させ、これに85℃にて0.1規定希塩酸を滴下しPHを9~10調整して攪拌を続けた。この後、さらに希塩酸を滴下しPH7となるまで中和し、次にこれをろ過し、得られた粉体を適量の水にて洗浄、ろ過を3回くり返し、50℃温風下にて24時間乾燥し、その後、ヘンシエル型ミキサーにて粉碎し、二酸化珪素被覆タルク10.2部を得た。

製造例-2

製造例-1と同様の技術操作を用いて、平均粒子径20μのタルクの代わりに平均粒子径30μの雲母を使用することにより、二酸化珪素被覆雲母10.2部を得た。

製造例-3

平均粒子径20μのセリサイト10部を2.5部のオルト珪酸エチルを含むエタノール溶液100部に攪拌、混合し、均一に分散させ、50℃にて0.5規定水酸化ナトリウム含水エタノールを滴下添加し、PHを約10に調整して攪拌を続けた。

次にこれをろ過し得られた粉体を適量の50%含水エタノールにて洗浄、ろ過を3回くり返し50℃温風下にて24時間乾燥し、その後、ヘンシエル型ミキサーにて粉碎し、二酸化珪素被覆セリサイト10.6部を得た。

製造例-4

製造例-3と同様の技術操作を用いて、平均粒子径20μのセリサイトの代りに平均粒子径10μのカオリンを使用することにより、二酸化珪素被

覆カオリン10.5部を得た。

製造例-5

平均粒子径20μのタルク10部、平均粒子径0.01μの珪酸アルミニウム・マグネシウム2部、エタノール6部及び水24部からなるスラリーをボールミルにて24時間混合、粉碎し、次にこれをろ過して得られた粉体を適量の水にて洗浄、ろ過を3回くり返し、50℃温風下にて24時間乾燥し、その後、ヘンシエル型ミキサーにて粉碎し、珪酸アルミニウム・マグネシウム被覆タルク11.4部を得た。

製造例-6

製造例-5と同様の技術操作を用いて平均粒子径20μのタルクの代わりに、平均粒子径30μの雲母を使用することにより、珪酸アルミニウム・マグネシウム被覆雲母11.6部を得た。

次に本発明化粧の実施例を示す。

実施例-1

クリームファンデーション

ステアリン酸	1.0重量部
グリセリルモノオレート	1.0
セチルアルコール	2.5
流動パラフィン	12.0
A ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	0.5
製造例-1の二酸化珪素被覆タルク	11.0
二酸化チタン	3.0
弁柄	1.0
黄酸化鉄	2.0
黒酸化鉄	1.0
プロピレングリコール	5.0
B 1%水酸化ナトリウム水溶液	13.6
精製水	46.2
パオキシ安息香酸ブチル	0.2

A及びBを各々60℃に加熱し、BをAに徐々に添加し、乳化釜にて混合、乳化し、その後攪拌を続けながら30℃まで冷却し、容器に充填して製品とする。

実施例-2 ケーキ状ファンデーション(a)

弁柄	1.0
黄酸化鉄	2.0
A 黒酸化鉄	1.0
ステアリン酸アルミニウム	3.0
珪酸カルシウムビーズ	6.0
B 流動パラフィン	8.5

実施例-2と同様の方法にて製品を得た。

実施例-4 フィニッシングパウダー

製造例-1の二酸化珪素被覆タルク	45.0重量部
・ -4の二酸化珪素被覆カオリン	15.0
・ -3の二酸化珪素被覆セリサイト	15.0
二酸化チタン	4.0
弁柄	1.0
A 黄酸化鉄	2.0
黒酸化鉄	1.0
シルクパウダー	5.0
珪酸カルシウムビーズ	6.0
ミリスチン酸亜鉛	3.0
B 流動パラフィン	3.0

Aをヘルシエル型ミキサーにて混合し、ハンマ

製造例-5の珪酸アルミニウムマグネシウム 54.5重量部
被覆タルク

製造例-6の珪酸アルミニウムマグネシウム 20.0
被覆雲母

A 二酸化チタン	4.0
弁柄	1.0
黄酸化鉄	2.0
黒酸化鉄	1.0
ステアリン酸アルミニウム	3.0
珪酸カルシウムビーズ	6.0

B 流動パラフィン 8.5

Aをヘルシエル型ミキサーにて混合し、ハンマミルにて粉砕し、次にBを添加しヘルシエル型ミキサーにて混合、ハンマミルにて粉砕し、金型中にプレスして製品とする。

実施例-3 ケーキ状ファンデーション(b)

製造例-1の二酸化珪素被覆タルク	44.5重量部
・ -2の二酸化珪素被覆雲母	10.0
A ・ -3の二酸化珪素被覆セリサイト	20.0
二酸化チタン	4.0

ミルにて粉砕、Bを添加しヘルシエル型ミキサーにて混合した後、プロアッシュフターによって処理し、容器に充填して製品とする。

本発明に係る被覆顔料は従来の顔料には見られない優れた特性を有しており、化粧料使用時の不自然な光沢を与えず、又、透明感、流動性、皮膚上での滑らかな伸び、付着力等の優れた特性をも合わせ持っており、化粧品用の粉体として優れたものである。

又、体質顔料や被覆物質である二酸化珪素及び珪酸塩化合物の種類や被覆比率を自由に選択することにより、求める光沢や物理的特性を有した粉体を得ることができ、化粧品用の粉体として広く利用できるものである。

次に本発明に用いる被覆顔料の光沢を調べる為、被覆顔の体質顔料と被覆後の加工粉体について、光線反射率を測定し、表-1に示した。反射率が大きいほど光沢が大きいことを示している。試験方法は下記の通りである。

光沢テスト：

牛皮上にマイクロクリスタリンワックスを均一にコーティングし、これに試料である体を局毛ブラシにて均一にのばしたものを検体とし、その光澤反射率を測定した。

測定は日本電色工業製 GROSS METER を用いて 75° の反射光を測定した。

表-1

試 料	75° 反射率
タルク	8.2 (例)
製造例-1の二酸化珪素被覆タルク	6.1
製造例-5の珪酸アルミニウム・マグネシウム被覆タルク	4.8
雲母片	9.5
製造例-2の二酸化珪素被覆雲母	8.0
製造例-6の珪酸アルミニウム・マグネシウム被覆雲母	4.9
セリサイト	8.0
製造例-3の二酸化珪素被覆セリサイト	4.7
カオリン	6.9
製造例-4の二酸化珪素被覆カオリン	3.8
ブランク(粉体なし)	10.8

以上の如く、本発明に用いる被覆顔料は内石物質である顔料よりも光澤反射率が少なく、つまり光沢が抑制されており、被覆に塗布した場合に、外観上てかてかしたり、不自然な光沢を与えない化粧料を提供することができる。

次に本発明に用いる被覆顔料の透明感を調べる為、被覆前の体質顔料と被覆後の加工粉体について白色度を測定し表-2に示した。白色度の低いものほど透明性が大きいといえる。試験方法は下記の通りである。

透明性テスト:

光沢テストで用いたと同様に試料を処理し検体とした。このものについて JIS L 1074「白色度」に準じて村上色研製高速色彩計を用いて白色度を測定した。

表-2

試 料	白色度
タルク	3323
製造例-1の二酸化珪素被覆タルク	3405
製造例-5の珪酸アルミニウム・マグネシウム被覆タルク	3488

雲母片	4351
製造例-2の二酸化珪素被覆雲母	3738
製造例-6の珪酸アルミニウム・マグネシウム被覆雲母	3652
セリサイト	3516
製造例-3の二酸化珪素被覆セリサイト	3746
カオリン	4099
製造例-4の二酸化珪素被覆カオリン	4153
ブランク(粉体なし)	2610

以上の如く、本発明に用いる被覆顔料は内石物質である無被覆の顔料と近似した白色度の数値を示し、つまり、同等の透明性を有しており、有用な化粧品用粉体である。

次に本発明に用いる被覆顔料の流動性を調べる為、被覆前の体質顔料と被覆後の加工粉体について安息角を測定し表-3に示した。安息角が小さいほど流動性が大きいことを示している。

試験法は下記の通りである。

流動性テスト:

試料をそのまま、細川とクロン製パウダーテス

ターを用いて安息角を測定した。

表-3

試 料	安息角($^\circ$)
タルク	42.5
製造例-1の二酸化珪素被覆タルク	42.0
製造例-5の珪酸アルミニウム・マグネシウム被覆タルク	42.0
雲母片	43.0
製造例-2の二酸化珪素被覆雲母	41.5
製造例-6の珪酸アルミニウム・マグネシウム被覆雲母	40.0
セリサイト	47.0
製造例-3の二酸化珪素被覆セリサイト	48.0
カオリン	46.0
製造例-4の二酸化珪素被覆カオリン	46.0

以上の如く、本発明に用いる被覆顔料は内石物質である無被覆の顔料と近似した安息角の数値を示し、つまり、同等の流動性を有しており、化粧品製造時にける取扱いが便利であるとともに、皮膚上においてはなめらかな伸びを有している。

表-4

試料	化粧した肌の 光沢	皮膚上での伸び のなめらかさ	化粧した肌の 透明感
実施例-1の化粧料	2.9	3.7	4.1
実施例-1の対照品	4.0	3.3	4.4
実施例-2の化粧料	3.7	4.0	4.3
“の対照品	4.6	3.7	4.1
実施例-3の化粧料	3.4	3.7	4.1
“の対照品	4.4	3.6	4.1
実施例-4の化粧料	2.3	3.4	4.3
“の対照品	3.4	3.3	4.4

数値は官能テスト評価点

以上の如く本発明に適用される化粧料は実際に皮膚上に塗布した場合にも、化粧した肌の光沢が強すぎることがなく、外観上でかたかしたり、不自然な光沢を与えることがなく、又、皮膚上での伸びのなめらかさ、化粧した肌の透明感などの官能特性は従来の対照品と同様であった。

このように本発明に用いる被覆顔料は従来の顔料の持つ優れた特性を有すると同時に、新規な光沢調節能を合わせ持っており、従来の化粧品用顔料には見られない優れた特性を有する粉体であること

次に本発明に適用される化粧料（実施例1～4）について官能評価を行ない結果を表-4に示した。このとき対照品として各々の化粧料について本発明に用いる被覆顔料の代りに被覆処理をしていない顔料（加工粉体の内芯物質）を配合したものを調製し、官能評価した。

試験方法は下記の通りである。

官能テスト：

男女混合計7名のペネラーにより官能評価項目として化粧した肌の光沢、皮膚上での伸びのなめらかさ、化粧した肌の透明感の3項目について下記のような基準において評価し、7名の平均値を評価点とした。

化粧した肌の光沢	弱い ←	→ 強い					
皮膚上での伸びの なめらかさ	なめらかでない ←	→ なめらか					
化粧した肌の透明感	ない ←	→ ある					
評 点	0	1	2	3	4	5	6
	非常に	割合	少し	五分五分	少し	割合	非常に
				50:50			

とがわかる。

特許出願人 ゴーラ化成工業株式会社